



**AKTIVITAS DAN SELEKTIVITAS KATALIS
Ni/ZEOLIT BETA DAN Cu/ZEOLIT BETA PADA
SIKLISASI SITRONELAL DARI MINYAK SEREH**

Skripsi
disusun sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

Oleh
Defi Nur Utami
4311415072

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2019

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, 19 November 2019



Defi Nur Utami

4311415072

PERSETUJUAN PEMBIMBING

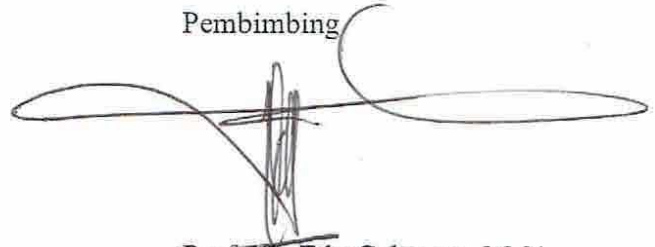
Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Hari : Selasa

Tanggal : 19 November 2019

Semarang, 19 November 2019

Pembimbing

A handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a central vertical stroke, positioned above the printed name of the supervisor.

Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

NIP 196412051990021001

PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Aktivitas dan Selektivitas Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada Siklisasi Sitronelal dari Minyak Sereh* karya Defi Nur Utami NIM 4311415072 telah dipertahankan dalam Ujian Skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 19 November 2019 dan disahkan oleh Panitia Ujian.

Semarang, November 2019

Panitia,



Ketua

Dr. Sugianto, M.Si

NIP 196102191993031001

Sekretaris



Dr. Sigit Priatmoko, M.Si.

NIP 196504291991031001

Ketua Penguji

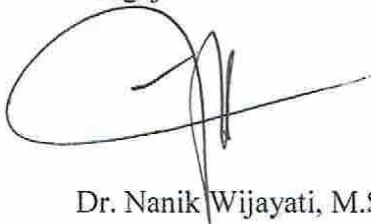


Dr. Sigit Priatmoko, M.Si.

NIP 196504291991031001

Anggota Penguji/

Penguji II

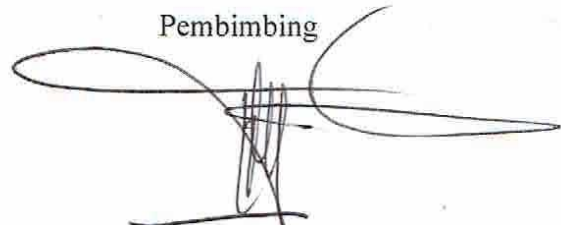


Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

NIP 196910231996032002

Anggota Penguji/

Pembimbing



Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

NIP 196412051990021001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto :

“Jika merasakan ujian sebesar kapal, maka yakinlah nikmat Allah sebesar lautan”

“Semua ada waktunya. Jangan membandingkan hidup kita dengan orang lain. Tidak ada perbandingan antara matahari dan bulan. Mereka bersinar saat waktunya tiba.”

“Jangan menjadi manusia yang tinggi hati, tapi jadilah manusia yang rendah hati. Jangan menjadi manusia yang rendah diri, tapi jadilah manusia yang percaya diri.”

Persembahan :

Karya tulis ini saya persembahkan kepada :

1. Bapak dan mamaku tersayang dengan segala kasih sayang, limpahan doa, pengorbanan, kesabaran, dan kerja keras dalam mendidiku dan kedua adikku.
2. Adik-adikku tersayang yang telah memberikan motivasi dan dukungan.
3. Teman-teman Kimia Rombel 02 2015
4. Teman-teman KKN Desa Boto yang telah memberikan semangat dan kebahagiaan
5. Sahabat-sahabat yang senantiasa memberikan semangat dan dukungan
6. Teman-teman kos yang banyak memberikan semangat

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan kasih rahmat dan kasih sayang-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi dengan judul “Aktivitas dan Selektivitas Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada Siklisasi Sitronelal dari Minyak Sereh”. Segala sholawat dan salam penulis sampaikan kepada Nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia, FMIPA, UNNES. Skripsi ini merupakan hasil dari penelitian yang telah dilaksanakan di Laboratorium Kimia, FMIPA, UNNES pada bulan Maret sampai Agustus 2019.

Skripsi ini dapat terselesaikan tidak lepas dari bantuan semua pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Rektor Universitas Negeri Semarang
2. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang
3. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang
4. Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan ilmu, petunjuk, serta bimbingan kepada penulis
5. Dr. Sigit Priatmoko, M.Si selaku dosen penguji I yang telah bersedia memberikan masukan dan saran kepada penulis
6. Dr. Nanik Wijayati, M.Si selaku dosen penguji II yang telah memberikan arahan, masukan, dan saran kepada penulis
7. Yuan Maylia Rosanti, S.Si selaku teknisi laboratorium kimia organik yang telah bersedia membantu dan memberikan masukan selama proses penelitian
8. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan Skripsi ini.

Semoga skripsi ini bermanfaat bagi civitas akademika dan pihak yang membutuhkan.

Semarang, November 2019

Penulis

ABSTRAK

Utami, Defi Nur. (2019). *Aktivitas dan Selektivitas Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada Siklisasi Sitronelal dari Minyak Sereh*. Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

Isopulegol merupakan senyawa *intermediate* untuk sintesis beberapa *fine chemical* yang banyak digunakan dalam pembuatan mentol yang memiliki karakteristik bau *peppermint* dan banyak digunakan dalam industri farmasi, industri sabun dan pasta gigi. Konversi sitronelal menjadi isopulegol melalui reaksi siklisasi telah banyak diteliti. Reaksi siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dapat menggunakan katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta. Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu isolasi sitronelal dari minyak sereh, preparasi katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta, serta reaksi siklisasi sitronelal. Isolasi sitronelal dilakukan menggunakan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Sitronelal hasil distilasi dianalisis menggunakan instrumen GC, GC-MS dan FTIR. Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta dipreparasi menggunakan metode impregnasi logam Ni(NO₃)₂ dan Cu(NO₃)₂ pada zeolit beta. Katalis Ni(NO₃)₂ dan Cu(NO₃)₂ dianalisis menggunakan instrumen XRD dan SAA. Siklisasi sitronelal dilakukan pada suhu 180⁰C selama 4 jam dan dianalisis dengan instrumen GC dan FTIR. Berdasarkan analisis GC dan GC-MS menunjukkan bahwa isolasi sitronelal menghasilkan produk sebesar 84,26%. Analisis XRD dan SAA menunjukkan bahwa Ni dan Cu telah tererman pada zeolit beta. Berdasarkan analisis GC menunjukkan bahwa siklisasi sitronelal menghasilkan isomerik pulegol sebesar 69,31% sedangkan katalis Ni/zeolit beta menghasilkan isomerik pulegol sebesar 29,68%. Katalis Cu/zeolit beta memiliki aktivitas sebesar 90,20% dan selektivitas sebesar 80,98%. Sedangkan aktivitas katalis Ni/zeolit beta yaitu 42,53% dengan selektivitas sebesar 76,60%. Hasil ini menunjukkan bahwa katalis Cu/zeolit beta lebih baik dalam siklisasi sitronelal dibanding Ni/zeolit beta.

Kata Kunci : Sitronelal, Katalis Ni/zeolit beta, Katalis Cu/zeolit beta, Siklisasi, Isopulegol

ABSTRACT

Utami, Defi Nur. (2019). *Activity and Selectivity of Ni/beta zeolite and Cu/beta zeolite Catalysts on the Cyclization Reaction of Citronellal from Citronella Oil*. Skripsi, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Universitas Negeri Semarang. Supervisor : Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si.

Isopulegol is an intermediate compound to synthesis some fine chemical and usually used in the pharmaceutical, soap and toothpaste industry. Conversion of citronellal to isopulegol by using cyclization reaction has been investigated. Isopulegol can be produced by using cyclization reaction of citronellal with Ni/beta zeolite and Cu/beta zeolite catalysts. In this research consist of three steps are isolation of citronellal from citronella oil, preparation of Ni/beta zeolite and Cu/beta zeolite catalysts, and cyclization reaction of citronellal. Citronellal has been isolated from citronella oil by fractional distillation under reduced pressure. The results of the citronella distillation were analyzed using GC, GC-MS and FTIR instruments. Ni/beta zeolite and Cu/beta zeolite catalysts were prepared by using impregnation method. The result of catalysts were analyzed by using XRD and SAA instruments. Citronellal cyclization was carried out at 180°C for 4 hours and analyzed by GC and FTIR instruments. Based on GC and GC-MS analysis, it was shown that citronellal isolation produced a product of 84.26%. XRD analysis showed that Ni and Cu were imregnated with beta zeolite. Citronellal cyclization using Ni/beta zeolite catalyst produces 69.31% isomeric pulegol and beta Ni/zeolite catalyst produce isomeric pulegol at 29.68%. The Cu/beta zeolite catalyst has an activity of 90,20% and selectivity of 80,98%. While the activity of Ni/beta zeolite catalyst of 42,53% with selectivity of 76,60%. These results indicate that beta Cu/beta zeolite catalyst is better than Ni/zeolite beta in citronellal cyclization.

Keywords : Citronellal, Ni/Beta Zeolite Catalyst, Cu/Beta Zeolite Catalyst, Cyclization Reaction, Isopulegol

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN.....	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Minyak Atsiri dan Peningkatan Nilai tambah	5
2.2 Isolasi Sitronelal dari Minyak Sereh	6
2.2.1 Komponen Minyak Sereh	6
2.2.2 Sitronelal	7
2.2.3 Isopulegol.....	8
2.2.4 Distilasi Fraksinasi.....	9
2.3 Reaksi Konversi Sitronelal menjadi Isopulegol	10
2.3.1 Reaksi Siklisasi	10
2.4 Preparasi dan Karakterisasi Katalis	11
2.4.1 Katalis	11
2.4.2 Nikel (Ni) dan Tembaga (Cu)	13

2.4.3	Zeolit Beta.....	14
2.4.4	Metode Impregnasi dan Pengaruh Katalis	16
2.5	Instrumentasi	17
2.5.1	GC dan GC-MS.....	17
2.5.2	<i>Fourier Transformation Infra Red (FTIR)</i>	18
2.5.3	Difraksi Sinar-X (XRD).....	20
2.5.2	<i>Surface Area Analyzer (SAA)</i>	18
BAB III METODE PENELITIAN.....		22
3.1	Lokasi Penelitian	22
3.2	Variabel Penelitian	22
3.2.1	Variabel Bebas	22
3.2.2	Variabel Terikat	22
3.2.3	Variabel Terkendali.....	22
3.3	Alat dan Bahan	23
3.3.1	Alat Penelitian.....	23
3.3.2	Bahan Penelitian	23
3.4	Prosedur Penelitian.....	23
3.4.1	Isolasi Sitronelal dari Minyak Sereh.....	23
3.4.2	Preparasi Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta.....	23
3.4.3	Siklisasi Terkatalis Terkatalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		25
4.1	Isolasi Sitronelal dari Minyak Sereh	25
4.2	Preparasi Katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta.....	28
4.3	Siklisasi Sitronelal Terkatalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta	31
BAB V SIMPULAN DAN SARAN.....		40
5.1	Simpulan.....	40
5.2	Saran	40
DAFTAR PUSTAKA		41
LAMPIRAN.....		46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Standar Mutu Minyak Sereh	7
Tabel 2.2. Bilangan Gelombang Sitronelal	19
Tabel 2.3. Bilangan Gelombang Isopulegol.....	19
Tabel 4.4. Hasil Uji Fisik Fraksi Minyak Sereh	25
Tabel 4.5. Karakteristik Serapan FTIR Sitronelal.....	27
Tabel 4.6. Luas Permukaan Spesifik Katalis	30
Tabel 4.7. Konversi Sitronelal, Kuantitas Isopulegol, Selektivitas Isopulegol.....	33
Tabel 4.8. Karakteristik Serapan FTIR Siklisasi Sitronelal	35
Tabel 4.9. Kromatogram GC-MS Siklisasi Sitronelal	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Tanaman Sereh.....	6
Gambar 2.2. Struktur Sitronelal	7
Gambar 2.3. Struktur Isopulegol.....	8
Gambar 2.4. Reaksi Siklisasi Sitronelal.....	11
Gambar 2.5. Struktur Pori Zeolit Beta	16
Gambar 4.6. Kromatogram Minyak Sereh.....	26
Gambar 4.7. Kromatogram Sitronelal.....	26
Gambar 4.8. Spektrum FTIR Sitronelal	27
Gambar 4.9. Difraktogram Zeolit Beta, Ni/Zeorlit Beta, Cu/Zeorlit Beta	28
Gambar 4.10. Kromatogram Hasil Siklisasi Terkatalis Cu/Zeorlit Beta.....	32
Gambar 4.11. Kromatogram Hasil Siklisasi Terkatalis Cu/Zeorlit Beta.....	32
Gambar 4.12. Spektra FTIR Hasil Siklisasi Sitronelal	34
Gambar 4.13. Kromatogram Hasil Siklisasi Sitronelal Terkatalis Cu/Zeorlit Beta	35
Gambar 4.14. Spektra Massa Reaksi Siklisasi Sitronelal	36
Gambar 4.15. Mekanisme Fragmentasi Produk Siklisasi	36
Gambar 4.16. Hubungan Kuantitas (Persentase) Sitronelal dengan Isopulegol ...	38
Gambar 4.17. Perkiraan Mekanisme Reaksi Siklisasi Sitronelal.....	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja Isolasi Sitronelal dari Minyak Sereh.....	46
Lampiran 2. Skema Kerja Preparasi Katalis Ni/Zeolit Beta	47
Lampiran 3. Skema Kera Preparasi Katalis Cu/Zeolit Beta.....	48
Lampiran 4. Skema Kerja Reaksi Siklisasi Sitronelal	49
Lampiran 5. Hasil Uji GC Minyak Sereh	50
Lampiran 6. Hasil Uji GC Sitronelal	52
Lampiran 7. Hasil Uji GC Siklisasi Sitronelal Terkatalis Ni/Zeolit Beta	54
Lampiran 8. Hasil Uji GC Siklisasi Sitronelal Terkatalis Cu/Zeolit Beta	56
Lampiran 9. Hasil Uji FTIR Sitronelal	58
Lampiran 10. Hasil Uji FTIR Siklisasi Sitronelal Terkatalis Ni/Zeolit Beta.....	59
Lampiran 11. Hasil Uji FTIR Siklisasi Sitronelal Terkatalis Cu/Zeolit Beta	60
Lampiran 12. Hasil Uji XRD Zeolit Beta	61
Lampiran 13. Hasil Uji XRD Ni/Zeolit Beta	62
Lampiran 14. Hasil Uji XRD Cu/Zeolit Beta	63
Lampiran 15. Hasil Uji SAA Zeolit Beta.....	64
Lampiran 16. Hasil Uji SAA Ni/Zeolit Beta.....	68
Lampiran 17. Hasil Uji SAA Cu/Zeolit Beta	72
Lampiran 18. Hasil Uji GC-MS Siklisasi Sitronelal Terkatalis Cu/Zeolit Beta ...	76
Lampiran 19. Analisis Data (Perhitungan).....	78
Lampiran 20. Dokumentasi Penelitian	80

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Isopulegol memiliki peranan penting sebagai senyawa *intermediate* dalam pembuatan mentol yang memiliki karakteristik bau *peppermint* yang banyak digunakan dalam industri farmasi, industri sabun dan pasta gigi. Adanya bau wangi yang khas dan sejuk ini membuat isopulegol banyak diminati oleh masyarakat dan juga digunakan dalam dunia *green medicine*. Isopulegol memiliki harga yang cukup mahal karena untuk mendapatkan senyawa tersebut perlu dilakukan perubahan senyawa dengan berbagai tahapan yang cukup panjang. Salah satu senyawa yang dapat menghasilkan isopulegol yaitu sitronelal.

Sitronelal merupakan salah satu komponen terbesar dalam minyak sereh dengan kandungan sebesar 28-45% (Sayekti *et al.*, 2015 ; Cahyono *et al.*, 2013). Sitronelal memiliki dua gugus aktif yaitu gugus karbonil C=O dan ikatan rangkap C₆ = C₇, serta satu atom C yang asimetris (kiral). Keberadaan satu atom karbon kiral menyebabkan sitronelal mempunyai dua buah atom karbon prokiral yang dapat dikonversi menjadi pusat asimetrisnya yaitu isopulegol (Iftitah *et al.*, 2010). Sitronelal dapat dihasilkan melalui proses distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Proses ini bertujuan untuk memisahkan minyak atsiri menjadi beberapa fraksi berdasarkan perbedaan titik didihnya. Salah satu tanaman yang memiliki kandungan sitronelal yang cukup tinggi adalah sereh.

Sereh adalah salah satu tanaman yang dapat ditemukan dengan mudah di berbagai daerah di Indonesia. Tanaman ini memiliki nama-nama yang berbeda di setiap daerahnya. Tanaman sereh memiliki potensi yang sangat besar apabila telah diubah menjadi minyaknya. Murahannya harga sereh dan banyaknya masyarakat yang belum mengetahui manfaatnya membuat tanaman ini seakan tidak berguna. Minyak sereh memiliki aroma yang khas sehingga dapat dijadikan suatu produk

yang menarik perhatian konsumen. Di Indonesia tanaman ini belum banyak yang diolah sehingga harga jualnya relatif rendah.

Peningkatan harga jual minyak sereh dapat dilakukan dengan perubahan tanaman sereh menjadi minyak sereh dalam bentuk isolatnya (Kaniawati *et al.*, 2004). Isolat-isolat tersebut sangat menentukan nilai dan mutu dari minyak sereh sehingga untuk mendapatkan nilai dan mutu yang lebih baik maka dapat dilakukan perubahan senyawanya. Pada penelitian ini perubahan sitronelal menjadi isopulegol dilakukan melalui reaksi siklisasi. Reaksi siklisasi dapat berlangsung dalam suasana asam (Imachi *et al.*, 2007). Suasana asam dalam proses reaksi siklisasi berperan sebagai katalisator yang dapat mempercepat reaksi. Katalis yang digunakan dapat berupa katalis heterogen dan homogen.

Pada penelitian ini katalis yang digunakan adalah katalis heterogen. Penggunaan katalis heterogen dilaporkan banyak memberikan keuntungan terutama kepraktisan pemisahan produk dan katalis dapat digunakan berulang kali (Kozhevnikov, 2010). Salah satu katalis asam yang potensial dalam reaksi siklisasi adalah zeolit beta. Pemilihan zeolit beta sebagai katalis asam dalam reaksi siklisasi karena memiliki pori-pori yang besar dan kerangka strukturnya berbentuk tiga dimensi dengan kandungan silikanya tinggi (Lima *et al.*, 2011). Selain itu zeolit beta memiliki stabilitas yang tinggi saat pemanasan dan luas permukaan yang besar. Menurut (Maki-Arvela *et al.*, 2004) zeolit beta memiliki dua situs asam yaitu situs asam Bronsted dan situs asam Lewis.

Situs asam yang berperan dalam reaksi siklisasi adalah situs asam Lewis. Menurut Nakatani dan Kawashima (1978) asam Lewis yang biasanya digunakan pada reaksi siklisasi, seperti $ZnBr_2$, $ZnCl_2$, ZnI_2 . Kekurangan dari penggunaan padatan senyawa tersebut adalah adanya beberapa kendala dalam penanganan, penyimpanan, dan penggunaannya yang membutuhkan waktu yang panjang. Pengembunan logam aktif merupakan suatu upaya yang dapat dilakukan untuk mengganti situs asam Bronsted dengan situs asam Lewis.

Umumnya hampir semua logam transisi dapat digunakan sebagai katalis karena masih terdapat orbital yang kosong dan terdapat elektron tak berpasangan. Logam Cu dan Ni yang diimbangkan ke dalam zeolit beta dapat meningkatkan

aktivitas katalitik agar dapat bekerja dengan baik. Logam transisi yang banyak digunakan sebagai katalis dalam suatu konversi sitronelal diantaranya adalah Ni dan Cu. Logam Cu dan Ni merupakan suatu katalis logam yang selektif terhadap gugus karbonil C=O (Hernandez, 2014).

Logam Cu dan Ni mudah didapatkan sehingga memiliki harga yang relatif murah. Kedua logam memiliki kestabilan yang baik pada suhu yang tinggi. Kebanyakan logam Cu digunakan untuk reaksi siklisasi sitronelal menjadi isopulegol, sedangkan logam Ni dalam reaksi siklisasi belum pernah dilakukan sepanjang penelusuran literatur. Metode yang digunakan untuk sintesis katalis adalah metode impregnasi. Penggunaan metode impregnasi mampu meningkatkan luas permukaan katalis sehingga diharapkan aktivitas dan selektivitasnya juga akan meningkat.

Penelitian sebelumnya mengenai katalis berbasis pengemban logam aktif dalam zeolit beta telah banyak dilakukan, seperti Ni/Zr- β -zeolit (Nie *et al.*, 2007), Sn/zeolit beta dengan stereoselektivitas 85% (Kang *et al.*, 2013). Menurut Cahyani *et al.*, (2014) reaksi siklisasi dengan katalis Cu/ZnBr₂/ γ -Al₂O₃ menghasilkan isopulegol sebanyak 2,53%. Kelemahan dari penelitian tersebut adalah tidak terbankannya secara sempurna Cu ke dalam ZnBr₂/ γ -Al₂O₃.

Pada penelitian ini dilakukan siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dengan katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta. Dari reaksi siklisasi terkatalis tersebut akan dibandingkan aktivitas dan selektivitas terbesar dalam konversi sitronelal menjadi isopulegol.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

- a. Bagaimana aktivitas dan selektivitas katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada siklisasi sitronelal menjadi isopulegol ?
- b. Bagaimana pengaruh lama reaksi terhadap hasil siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dengan katalis Cu/zeolit beta ?

1.3. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- a. Untuk menganalisis aktivitas dan selektivitas katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada siklisasi sitronelal menjadi isopulegol
- b. Untuk menganalisis pengaruh lama reaksi yang optimal terhadap hasil siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dengan katalis Cu/zeolit beta

1.4. Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan informasi mengenai aktivitas dan selektivitas katalis Ni/zeolit beta dan Cu/zeolit beta pada siklisasi sitronelal menjadi isopulegol
- b. Memberikan informasi mengenai pengaruh lama reaksi yang optimal dalam siklisasi sitronelal terkatalis Cu/zeolit beta

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak Atsiri dan Peningkatan Nilai Tambah

Minyak atsiri merupakan minyak yang mudah menguap dan mengandung aroma yang khas. Minyak ini dihasilkan dari bagian-bagian suatu tanaman tertentu seperti akar, batang, kulit, bunga, daun, biji, dan rimpang. Minyak atsiri dan turunan-turunannya adalah bagian utama dalam industri *flavor* dan *fragrance*. Minyak sereh wangi adalah salah satu minyak atsiri yang penting dengan berbagai komponen senyawanya. Salah satu komponen minyak sereh yang penting yaitu sitronelal. Hal ini dikarenakan sitronelal merupakan senyawa terbesar dalam minyak sereh dan dapat disintesis menjadi isolat-isolat yang memiliki harga ekonomi cukup tinggi. Indonesia termasuk produsen terbesar minyak sereh wangi dunia.

Isopulegol merupakan salah satu senyawa hasil sintesis dari sitronelal. Senyawa ini mempunyai harga yang sangat mahal karena memiliki bau khas dan sejuk yang diminati oleh masyarakat dan banyak digunakan dalam bidang *green medicine*. Isopulegol memiliki peranan penting sebagai senyawa *intermediate* dalam pembuatan mentol yang memiliki karakteristik bau *peppermint* yang banyak digunakan dalam industri farmasi, industri sabun dan pasta gigi.

Peningkatan nilai tambah minyak sereh dapat dilakukan dengan mengubah minyak sereh menjadi isolatnya (Kaniawati *et al.*, 2004). Isolat-isolat tersebut sangat menentukan nilai dan mutu minyak atsiri pada sereh. Isopulegol dapat dihasilkan dari sitronelal melalui reaksi siklisasi dalam suasana asam. Katalis yang dapat digunakan dalam konversi tersebut yaitu Cu/ZnBr₂/Zeolit beta yang pernah dilakukan oleh Cahyani *et al.*, (2014), dengan hasil yang diperoleh sebesar 2,53%.

2.2. Isolasi Sitronelal dari Minyak Sereh

2.2.1. Komponen Minyak Sereh

Sereh adalah salah satu tanaman yang potensial di Indonesia. Tanaman sereh mampu tumbuh 1 - 1,5 meter dengan panjang daun sekitar 70 - 80 cm, lebar daun 2-5 cm, berwarna hijau muda, kasar, dan mempunyai aroma yang kuat. Usia tanaman sereh berkisar 4 - 6 bulan (Suyanto, 2011). Sereh sangat mudah ditemukan di Indonesia. Tanaman ini memiliki nama-nama yang berbeda di setiap daerahnya. Tanaman sereh memiliki potensi yang sangat besar apabila telah diubah menjadi minyaknya. Minyak sereh memiliki aroma yang khas sehingga dapat dijadikan suatu produk yang menarik perhatian konsumen.

Jenis tanaman sereh yang dibudayakan di Indonesia yaitu *Cymbopogon nardus* dan *Cymbopogon winterianus*. Berdasarkan kedua jenis sereh tersebut yang menghasilkan kadar sitronelal lebih banyak yaitu *Cymbopogon nardus* dengan kadar sitronelal 30-45%. Sedangkan *Cymbopogon winterianus* mengandung kadar sitronelal sekitar 7-15%. Gambar tanaman sereh dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Tanaman Sereh

Minyak sereh merupakan salah satu minyak atsiri terpenting karena dalam jumlah yang besar digunakan untuk menghasilkan sitral, yang merupakan komponen dalam minyak tersebut. Kualitas dan mutu minyak sereh dapat ditentukan dengan warna, bobot jenis, dan indeks bias minyak tersebut. Standar mutu minyak sereh menurut SNI (2006) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Standar Mutu Minyak Sereh (SNI-2385-2006)

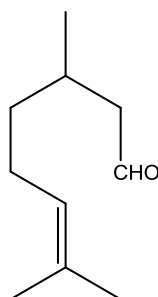
Sampel (Minyak Atsiri)	Warna	Bobot Jenis (20°C)	Indeks Bias (20°C)
Sereh	Kuning pucat – Kuning kecokelat- cokelatan	0,880 - 0,922	1,468 – 1,475

Komponen utama dalam minyak sereh yaitu sitronelal, geraniol, dan sitronelol (Sayekti *et al.*, 2015). Ketiga komponen utama minyak sereh menentukan intensitas bau harum, nilai dan harga minyak sereh serta digunakan dalam kuantitas besar pada industri flavor. Senyawa lain dalam minyak sereh yaitu limonena, sikloheksana, α -terpinolena, linalool, isopulegol, decanal, nerol, butenen, sitral, sitronelil, germarene, kadinen, dan elemol (Kurniasih *et al.*, 2014).

Hasil penyulingan dari minyak sereh akan menghasilkan minyak atsiri yang disebut *citronelal oil*, yang terdiri atas senyawa sitronelal dan geraniol (Tjitrosoepomo, 2000). Senyawa-senyawa tersebut memiliki nilai ekonomi yang tinggi sehingga mendorong para ilmuwan mengembangkan metode untuk menghasilkan minyak sereh.

2.2.2. Sitronelal

Sitronelal termasuk senyawa minyak atsiri dengan rumus molekul $C_{10}H_{18}O$ (3,7-dimetil-6-oktenal) yang berwarna kekuningan dan mudah menguap pada suhu kamar (Milone *et al.*, 2000). Senyawa ini merupakan isolat dengan kadar terbesar dalam minyak sereh karena kandungannya yang mencapai 28-45% (Cahyono *et al.*, 2013). Struktur sitronelal dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Struktur Sitronelal

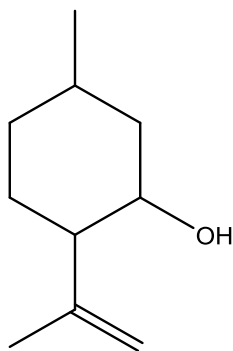
Nama IUPAC	: 3,7 dimetil-6-oktenal
Rumus Molekul	: C ₁₀ H ₁₈ O
Massa Molekul	: 154,25 g/mol
Densitas	: 0,855 g/cm ³
Titik Didih	: 201-207 ⁰ C

Sitronelal merupakan senyawa aldehid metabolit golongan monoterpen dari tanaman *Cymbopogon nardus* dan *Cymbopogon winterianus* Jawitt dengan gugus tidak jenuh (Lenardao *et al.*, 2007). Sitronelal mudah bereaksi karena memiliki dua gugus aktif yaitu gugus karbonil C=O dan ikatan rangkap C₆ = C₇, serta satu atom C yang asimetris (kiral). Sitronelal dengan reaksi hidrogenasi dapat menghasilkan sitronelol, dapat menghasilkan isopulegol dengan reaksi siklisasi dalam suasana asam, serta polimerisasi dalam suasana basa.

Sitronelal merupakan suatu bahan dasar sintesis pembuatan *fragrance* seperti sitronelol, isopulegol, mentol dan senyawa lain yang memiliki bau wangi yang khas (Agustian *et al.*, 2007). Selain itu senyawa ini juga banyak digunakan untuk pewangi sabun dan kosmetika, perasa pada makanan ataupun minuman, obat-obatan, *repellent* (obat penolak nyamuk), dan lain-lain.

2.2.3. Isopulegol

Isopulegol merupakan suatu senyawa dengan rumus molekul C₁₀H₁₈O (Agustian *et al.*, 2007). Isopulegol berupa cairan tidak berwarna yang memiliki bau wangi yang khas dan sejuk yang membuat isopulegol banyak diminati dan digunakan dalam dunia *green medicine*. Struktur isopulegol dapat dilihat Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur Isopulegol

Nama IUPAC	: 2-isopropenil-5-metilsikloheksanol
Rumus Molekul	: C ₁₀ H ₁₈ O
Massa Molekul	: 154 g/mol
Densitas	: 0,912 g/cm ³
Titik Didih	: 212°C

Isopulegol sangat penting sebagai senyawa intermediate dalam pembuatan mentol yang memiliki karakteristik bau *peppermint* yang banyak digunakan dalam industri farmasi, industri sabun dan pasta gigi (Nisyak *et al.*, 2017). Isopulegol dalam minyak sereh memiliki kandungan yang cukup sedikit sehingga untuk mendapatkan dalam jumlah yang besar dapat dilakukan sintesis dari sitronelal. Sitronelal dapat dikonversi menjadi isopulegol melalui reaksi siklisasi (Imachi *et al.*, 2007).

2.2.4. Distilasi Fraksinasi

Distilasi atau penyulingan adalah suatu proses untuk memisahkan minyak atsiri menjadi beberapa fraksi berdasarkan perbedaan titik didih. Prinsip dari proses ini adalah campuran yang akan dipisahkan dididihkan sehingga menguap. Zat yang memiliki titik didih lebih rendah akan menguap terlebih dahulu. Uap yang terbentuk segera dipisahkan dari cairannya kemudian dikondensasi membentuk distilat.

Proses distilasi dibagi menjadi beberapa jenis, salah satunya adalah distilasi fraksinasi. Distilasi fraksinasi berguna untuk memisahkan komponen utama berdasarkan perbedaan titik didih (Agustian *et al.*, 2007). Distilasi fraksinasi banyak digunakan pada industri minyak mentah untuk memisahkan komponen-komponen dalam minyak mentah. Pada distilasi fraksinasi terdapat kolom fraksinasi dimana akan terjadi pemanasan secara bertahap dengan suhu yang berbeda-beda pada setiap platnya. Pemanasan yang berbeda-beda ini bertujuan untuk pemurnian distilat yang lebih dari plat-plat di bawahnya. Semakin ke atas maka semakin tidak volatil cairannya.

Proses distilasi fraksinasi minyak sereh dilakukan pada tekanan di bawah tekanan atmosfer atau tekanan vakum. Tujuan penggunaan tekanan rendah ini adalah untuk menurunkan temperatur didih dari minyak sereh sehingga

komponen-komponen dalam minyak sereh tidak terdekomposisi (Wulandari dan Harianingsih, 2018).

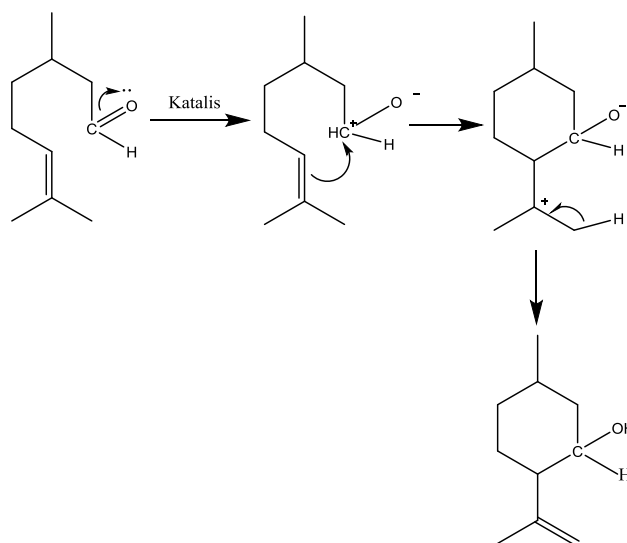
2.3. Reaksi Konversi Sitronelal menjadi Isopulegol

2.3.1. Reaksi Siklisasi

Reaksi siklisasi dapat berjalan dengan adanya katalis asam (Imachi *et al.*, 2007). Reaksi siklisasi dapat terjadi pada senyawa alkena alifatik yang mengandung gugus karbonil aldehida dengan sepasang elektron yang menyendiri pada atom O dan elektron π pada gugus alkena seperti pada sitronelal. Sitronelal dapat mengalami siklisasi membentuk isopulegol jika direaksikan dengan HCl, H₂SO₄, asam asetat anhidrida, zeolit, bentonit, serta lempung aktif (Maki-Arvela *et al.*, 2004).

Reaksi siklisasi dapat berlangsung dengan adanya katalis homogen dan heterogen. Menurut Nakatani dan Kawashima (1978) katalis homogen yang biasanya digunakan dalam proses siklisasi yaitu ZnBr₂, ZnCl₂, ZnI₂ karena berperan sebagai asam Lewis (akseptor pasangan elektron). Situs asam Lewis lebih berperan dalam reaksi siklisasi karena dapat mempercepat laju pembentukan isomer (-)-isopulegol daripada situs asam Bronsted. Katalis heterogen yang dapat berperan dalam proses siklisasi yaitu zeolit.

Reaksi siklisasi sitronelal membentuk isopulegol kebanyakan menggunakan katalis heterogen karena lebih mudah dalam penanganan, penyimpanan, penggunaan, serta dapat digunakan kembali. Reaksi siklisasi sitronelal menjadi isopulegol dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Perkiraan Reaksi Siklisasi Sitronelal menjadi Isopulegol

2.4. Preparasi dan Karakterisasi Katalis

2.4.1. Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang ditambahkan dalam sistem reaksi untuk mempercepat reaksi. Katalis prinsipnya berfungsi untuk meningkatkan laju pembentukan produk (Adzani, 2012). Suatu katalis bersifat selektif dalam mempercepat laju reaksi yang artinya katalis dapat mempercepat hanya pada reaksi tertentu tidak pada semua reaksi. Katalis dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen.

Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fase yang sama dengan fase reaktan, sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang fasenya berbeda dengan fase reaktan. Pada umumnya katalis yang digunakan dalam industri adalah katalis heterogen yang memiliki luas permukaan dan situs asam yang tinggi. Proses pembuatan katalis heterogen biasanya dilakukan dengan mendispersikan logam pada permukaan pengemban. Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai pengemban antara lain adalah zeolit, alumina, silika, karbon aktif.

Penggunaan katalis heterogen menjadi suatu alternatif dalam industri kimia karena kemudahan dalam pemisahan dan dapat digunakan kembali. Selain itu murah harga katalis heterogen daripada katalis homogen dan lebih ramah

lingkungan membuat katalis ini lebih banyak digunakan dalam suatu reaksi kimia. Terdapat tahapan-tahapan reaksi pada sistem katalis heterogen, yaitu :

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi reaktan dengan katalis, dimana terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorpsi .
3. Reaksi molekul reaktan yang teradsorpsi dengan membentuk senyawa intermediet dan menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

Kemampuan suatu katalis dalam mempercepat laju reaksi dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor-faktor yang mempengaruhi katalis antara lain sifat fisika dan kimia katalis, temperatur, tekanan, laju alir, waktu kontak, dan padatan yang digunakan. Perbedaan dalam mempersiapkan suatu katalis akan menghasilkan aktivitas dan selektivitas yang berbeda. Konsep dasar katalis adalah zat yang dalam jumlah kecil dapat menyebabkan perubahan yang besar (Utomo, 2007). Katalis juga dapat dikatakan sebagai zat yang dapat meningkatkan suatu laju reaksi tanpa zat tersebut ikut bereaksi dalam suatu reaksi. Selain itu katalis dapat didefinisikan sebagai zat yang membentuk kompleks dengan reaktan dimana zat tersebut terdesorpsi dari produk dan akan kembali ke bentuk semula.

Pemilihan suatu katalis yang tepat dalam suatu proses dapat menyebabkan proses yang diinginkan memiliki hasil yang maksimal. Menurut Lestari (2012), terdapat kriteria-kriteria dalam memilih katalis yang baik, yaitu :

a. Aktivitas (A)

Aktivitas merupakan kemampuan suatu katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi suatu produk yang diinginkan. Aktivitas katalis dapat dihitung menggunakan Persamaan (2.1) (Cahyono *et al.*, 2014) yaitu sebagai berikut.

$$A (\text{mol}\%) = \frac{\text{mol hasil reaksi keseluruhan}}{\text{mol pereaksi} + \text{mol hasil reaksi keseluruhan}} \times 100\% \quad (2.1)$$

b. Selektivitas (S)

Selektivitas adalah ukuran katalis dalam mempercepat reaksi dalam pembentukan suatu produk. Selektivitas dapat dihitung menggunakan Persamaan (2.2), yaitu sebagai berikut (Cahyono *et al.*, 2014) yaitu sebagai berikut.

$$S \text{ (mol\%)} = \frac{\text{mol produk tertentu yang dihasilkan}}{\text{mol hasil reaksi keseluruhan}} \times 100\% \quad (2.2)$$

c. Stabilitas

Stabilitas merupakan lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas pada keadaan seperti semula.

d. Hasil (*yield*)

Jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.

e. Kemudahan diregenerasi

Artinya proses pengembalian aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

f. Toksisitas katalis

Pemilihan katalis harus diperhatikan sifat toksik katalis tersebut. Suatu katalis yang bersifat toksik akan membahayakan dalam penggunaannya.

2.4.2. Logam Nikel (Ni) dan Tembaga (Cu)

Pada umumnya hampir semua logam transisi dapat digunakan sebagai katalis dalam suatu reaksi kimia. Jenis-jenis logam transisi yang sering diimbankan pada zeolit yaitu Cr, Pt, Ni, Mo, dan Cu (Suseno *et al.*, 2003). Penggunaan logam transisi sebagai logam aktif didasarkan pada keberadaan orbital d yang belum terisi penuh elektron sehingga orbital d yang berbarengan dengan keadaan elektronik pada orbital s dan orbital p yang berdekatan akan mengalami keadaan elektronik berenergi rendah dalam jumlah yang besar dan orbital kosong yang sangat ideal untuk reaksi katalis.

Nikel termasuk dalam unsur transisi golongan VIII B dan sering digunakan sebagai katalis heterogen yang bersifat asam. Pemilihan logam Ni sebagai katalis karena ikatan yang dibentuk antar logam Ni dengan reaktan relatif lemah sehingga produk reaksi mudah terlepas dari permukaan (Savitri *et al.*, 2016). Nikel (Ni) adalah logam dengan nomor atom 28 dengan elektron terluarnya

berada pada orbital d. Konfigurasi elektron dari Ni adalah $[\text{Ar}] 3d^8 4s^2$. Nikel mudah membentuk ikatan kovalen koordinasi sehingga membuat pembentukan senyawa antara permukaan katalis menjadi lebih mudah. Hal ini dikarenakan menurut aturan Hund, nikel mempunyai orbital 3d dimana terdapat elektron-elektron yang tidak berpasangan dan membuat logam ini bersifat magnetik.

Katalis logam nikel mempunyai aktivitas dan selektivitas yang baik dalam reaksi hidrogenasi. Fase aktif katalis nikel tidak memiliki permukaan yang luas. Hal ini menyebabkan reaksi menjadi tidak efektif dan efisien karena tidak sepenuhnya pusat aktif logam tersebut dapat mengadakan kontak dengan reaktan.

Tembaga (Cu) merupakan salah satu unsur yang termasuk dalam golongan unsur transisi. Logam transisi sering digunakan sebagai katalis untuk fase aktifnya. Dalam suatu reaksi katalitik logam Cu berfungsi sebagai pengatomisasi molekul-molekul diatomik dan pemberi atom tersebut kepada reaktan lainnya atau intermediat reaksi. Tembaga (Cu) adalah logam dengan nomor atom 29, massa atom 63,546. Logam Cu memiliki titik lebur 1083°C , titik didih 2310°C , jari-jari atom $1,173\text{\AA}$ dan jari-jari ion Cu^{2+} $0,96\text{\AA}$. Tembaga adalah logam transisi golongan IB yang berwarna kemerahan, mudah regang, dan mudah ditempa.

Pemilihan logam tembaga (Cu) dan zeolit dalam penelitian ini didasarkan pada tingkat aktivitas dan selektivitas katalis yang dipengaruhi oleh karakteristik katalis (Trisunaryanti *et al.*, 2005). Menurut Hernandez (2014), logam Cu adalah salah satu katalis logam yang selektif terhadap gugus karbonil C=O. Logam Cu merupakan salah satu logam transisi yang dapat bersifat sebagai asam Lewis sehingga dapat menerima pasangan elektron dari reaktan yang akan menyebabkan reaktan menjadi lebih reaktif (Barokah, 2014). Cahyani *et al.* (2014), telah melakukan perubahan sitronelal menjadi isopulegol melalui reaksi hidrogenasi dengan katalis $\text{Cu}/\text{ZnBr}_2/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

2.4.3. Zeolit Beta

Zeolit adalah suatu mineral yang berupa kristal aluminosilikat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral alumina (AlO_4^{5-}) dan silika (SiO_4^{4-}). Kedua tetrahedral tersebut terdapat rongga-rongga yang didalamnya terisi ion-ion logam dan biasanya berupa logam alkali

ataupun logam alkali tanah serta molekul air yang dapat bergerak bebas (Handoko, 2009).

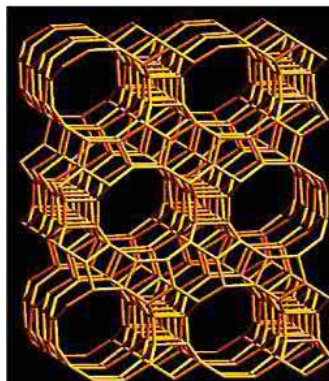
Struktur zeolit dapat diasumsikan sebagai satu komponen kecil maupun komponen besar berupa rantai, lapisan-lapisan, atau bentuk lainnya. Penggunaan zeolit sebagai pengemban karena struktur kristalnya berpori dan luas permukaan yang besar, memiliki stabilitas termal yang tinggi, harganya cukup murah, dan keberadaannya cukup melimpah (Handoko, 2003). Zeolit dapat dibedakan menjadi 2 berdasarkan proses pembentukannya yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis.

Zeolit sintetis adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa sehingga didapatkan karakter yang baik dari zeolit alam. Komponen zeolit sintetis terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen tersebut. Bagian penting dalam proses sintesis adalah preparasi dari campuran bahan yang akan disintesis.

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi sintesis zeolit yaitu komposisi dan homogenitas campuran bahan sintesis, sifat kimia reaktan, temperatur dan waktu kristalisasi, jenis kristal dan pH sistem. Zeolit sintetis lebih sering dipilih untuk kepentingan komersial dibandingkan dengan zeolit alam karena zeolit sintetis mempunyai ukuran partikel yang sama dan tingkat kemurnian yang tinggi, strukturnya dapat dibuat sesuai dengan yang diinginkan.

Zeolit beta merupakan zeolit sintesis dengan jenis kation NH_4^+ dan perbandingan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 37 mol/mol (Nisyak *et al.*, 2017). Zeolit beta memiliki kandungan silika tinggi dengan situs asam, yaitu asam Lewis dan Bronsted yang tersusun oleh sebuah potongan struktur tiga dimensi dari 12 potongan cincin yang saling berhubungan (Shu *et al.*, 2007). Situs asam Bronsted pada zeolit beta memiliki sifat keasaman yang lebih kuat daripada situs asam Lewis karena besarnya nilai perbandingan Si/Al.

Zeolit mempunyai struktur yang sangat kompleks. Secara umum, material zeolit dikenal memiliki sifat keasaman yang tinggi serta kestabilan termal dan hidrotermal yang tinggi. Struktur pori dari zeolit beta dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.5. Struktur Pori Zeolit Beta (Anshori, 2009)

Zeolit beta memiliki rasio Si/Al yang tinggi. Tingginya rasio Si/Al tersebut membuat zeolit beta bersifat hidrofobik dan memiliki kestabilan termal yang tinggi sehingga dapat digunakan sebagai katalis pada reaksi kimia dengan temperatur yang relatif tinggi.

2.4.4. Metode Impregnasi dan Pengaruh Katalis

Hampir semua proses sintesis katalis menggunakan metode impregnasi. Penggunaan metode impregnasi membuat pori-pori penyangga akan terisi oleh logam aktif melalui adsorpsi logam. Proses ini dilakukan dengan merendam penyangga dalam larutan yang mengandung logam aktif. Bahan penyangga yang biasanya digunakan sebagai pengemban katalis adalah alumina (Al_2O_3), silika-alumina, silika, zeolit dan magnesia.

Metode impregnasi ada dua macam yaitu impregnasi kering dan impregnasi basah. Metode impregnasi basah yaitu penambahan jumlah larutan prekursor fasa aktif lebih besar dari 1,5 kali volume pori penyangga. Sedangkan metode impregnasi kering yaitu penambahan larutan prekursor fasa aktif kurang dari 1,2 kali volume pori penyangga. Pada penelitian metode yang paling banyak digunakan dalam pembuatan katalis adalah impregnasi basah karena proses pengerjaannya lebih mudah (Lestari *et al.*, 2006).

Tujuan dari metode impregnasi logam ke dalam suatu padatan adalah untuk memperluas permukaan dari suatu padatan sehingga aktivitas katalis akan meningkat. Logam-logam dapat berfungsi sebagai katalis tanpa diimbangkan terlebih dahulu pada pengemban, tetapi memiliki kelemahan yaitu luas permukaan yang relatif kecil. Pengembanan logam-logam pada pengemban akan

mendistribukannya secara merata pada permukaan pengemban, sehingga menambah luas permukaan spesifik sistem katalis secara keseluruhan.

2.5. Instrumentasi

2.5.1. Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Kertas-Spektrometri Massa (GC-MS)

Pada dasarnya kromatografi gas (GC) merupakan suatu metode pemisahan yang melibatkan dua macam fasa, yaitu fasa gerak (*mobile phase*) dan fasa diam (*stationary phase*). Dalam kromatografi gas yang bertindak sebagai fasa gerak adalah gas yaitu gas inert seperti N₂, H₂, Ar dan He, sedangkan yang berfungsi sebagai fasa diam adalah suatu padatan. Campuran yang dipisahkan dengan metode ini harus mudah menguap. Kromatografi gas (GC) terdiri dari beberapa komponen yaitu gas pembawa, pengendali laju/ tekanan gas, *injector*, kolom, dan detektor.

Sampel diinjeksikan melalui *injector* dimana sampel yang berupa minyak akan diubah menjadi gas. Senyawa-senyawa dalam sampel tersebut akan menguap dan oleh gas pembawa akan dibawa menuju ke kolom. Komponen-komponen dalam sampel akan terpisah didalam kolom berdasarkan kemampuan mereka untuk berinteraksi dengan fase gerak (yaitu gas pembawa) dan fase diam (material penyusun kolom kapiler). Komponen-komponen tersebut akan bergerak menuju ke detektor.

Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektrometri massa. GC-MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Penggabungan antara kromatografi gas dan spektrometri massa dapat memberikan informasi kualitatif maupun kuantitatif senyawa yang dianalisis. Pada kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS), kolom kromatografi gas dihubungkan langsung dengan spektrometer massa sebagai detektor (Hendayana *et al.*, 1994).

GC-MS merupakan suatu metode analisis yang cepat dan akurat untuk memisahkan dan mengidentifikasi secara langsung komponen-komponen dalam

suatu campuran. Selain itu juga untuk menentukan konsentrasi komponen penyusun campuran dari luas puncak kromatogram massa yang diperoleh. Keuntungan menggunakan GC-MS yaitu tidak perlu menggunakan larutan standar seperti pada GC. Hal ini dikarenakan pada detektornya yaitu spektrometri massa (MS) terdapat *database* yang akan mencocokkan dengan sampel yang dianalisis. Selain itu kemampuan analisis relatif cepat dan sensitivitasnya tinggi.

2.5.2. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Spektrofotometer IR merupakan suatu instrumen yang digunakan untuk menganalisa suatu senyawa kimia secara kualitatif. Alat ini biasanya digunakan untuk mengidentifikasi berbagai macam gugus fungsi dalam suatu senyawa. Spektra inframerah suatu senyawa dapat memberikan gambaran dan struktur molekul senyawa tersebut. Pada spektrofotometer IR menyajikan grafik dari presentasi transmisi dengan kenaikan panjang gelombang atau penurunan frekuensi (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Syarat gugus fungsi suatu senyawa yang dapat terukur pada spektra IR adalah adanya perbedaan momen dipol pada gugus tersebut. Spektrum inframerah berada di antara daerah sinar tampak dan daerah microwave. Pengukuran menggunakan spektrofotometer IR biasanya berada pada daerah bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} . Daerah pada bilangan gelombang ini disebut daerah sedang yang merupakan daerah optimum untuk penyerapan sinar IR bagi ikatan-ikatan dalam senyawa organik (Harjono, 1992).

Daerah inframerah dibagi menjadi tiga sub daerah, yaitu inframerah dekat (14000-4000 cm^{-1}), inframerah sedang (4000-400 cm^{-1}), dan inframerah jauh (400-100 cm^{-1}). FTIR memiliki keunggulan dibanding dengan spektroskopi inframerah diantaranya yaitu lebih cepat dalam pengukuran, mekanik optik yang lebih sederhana. Bilangan gelombang yang terjadi pada sitronelal dan sitronelol dapat dilihat pada Tabel 2.2 dan Tabel 2.3

Tabel 2.2. Bilangan Gelombang Sitronelal

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Ikatan
2900-2800	-CH- alifatik
2800-2700	C-H dari -CHO
1740-1700	C=O karbonil
1700 – 1600	C=C alkena
1462	- CH ₂ -
1375	- CH ₃

Tabel 2.3. Bilangan Gelombang Isopulegol

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Ikatan
3700-3000	-OH
2900-2800	-CH- alifatik
1700-1600	C=C alkena
1250-1000	C-O
1462	- CH ₂ -
1375	- CH ₃

2.5.3. Difraksi Sinar-X (XRD)

XRD atau difraksi sinar X merupakan suatu metode yang digunakan untuk menganalisis suatu padatan yang berupa kristal. Analisis ini digunakan untuk mengidentifikasi kristalinitas dan perubahan struktur sampel. Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan energi tinggi yaitu sekitar 200 eV sampai 1 MeV. Interaksi pancaran elektron eksternal dengan elektron dalam kulit suatu atom menghasilkan sinar X.

Spektrum sinar X memiliki panjang gelombang 10^{-5} - 10 nm dengan frekuensi 10¹⁷-10²⁰ Hz. Sinar X memiliki panjang gelombang yang ordenya sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal (Widiarti, 2011). XRD berprinsip pada hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Apabila berkas sinar X mengenai suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Selanjutnya hamburan terdifraksi akan dideteksi oleh XRD.

Berkas sinar X yang dihamburkan akan ada yang saling menghilangkan dan saling menguatkan. Hamburan yang akan saling menghilangkan terjadi apabila

fasenya berbeda, sedangkan apabila fasenya sama maka hamburannya akan saling menguatkan. Berkas sinar X yang saling menguatkan inilah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hamburan sinar yang saling menguatkan yang digunakan untuk analisis sehingga sesuai dengan persamaan Bragg seperti pada persamaan (2.3) berikut.

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.3)$$

n = bilangan bulat

λ = panjang gelombang (m)

d = jarak antar bidang dalam kristal (m)

θ = sudut difraksi

Teknik pengukuran dengan menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui fase kristalin dari suatu materi dan mendapatkan ukuran dari suatu kristal. XRD berprinsip dasar pada difraksi sinar yang melewati celah kristal. Apabila suatu difraksi berasal dari radius yang panjang gelombangnya sama dengan jarak antar atom maka akan terjadi difraksi cahaya oleh kristal.

2.5.4. Surface Area Analyzer (SAA)

Suatu katalis memiliki sifat fisik yang berhubungan erat dengan struktur pori permukaan katalis yang dapat dilakukan dengan penentuan luas permukaannya. Hal ini dapat dilakukan dengan menggunakan metode adsorpsi gas nitrogen (N_2). Metode ini digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik dan struktur pori dari suatu material padatan. Penentuan luas area umumnya dilakukan melalui adsorpsi fisik dari gas misalnya gas N_2 ataupun adsorpsi kimia dari pewarna seperti metilen blue.

Adsorpsi nitrogen digunakan untuk luas permukaan total padatan dengan metode BET (Broener-Emment-Teller) (Widiarti, 2011). Pada material berpori seperti zeolit, penentuan luas permukaan oleh porositas zat padat. Metode BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu padatan material seperti luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isoterm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan. Teori BET memiliki landasan utama, yaitu :

1. Menempelnya molekul pada permukaan zat padat (adsorben) membentuk lapisan *monolayer*
2. Menempelnya molekul pada lapisan *monolayer* membentuk lapisan *multilayer*

Menurut Wahyuningrum *et al.* (2012), prinsip kerja dari metode BET menggunakan mekanisme adsorpsi gas (umunya nitrogen) pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan dimana biasanya suhu dididih dari gas tersebut. Persamaan isothermal (2.4) dari BET dapat ditulis sebagai berikut.

$$\frac{P}{v(P_0 - P)} = \frac{1}{vm \cdot C} + \frac{(C-1)}{vm \cdot C} \cdot \frac{P}{P_0} \quad (2.4)$$

v = volume gas teradsorpsi persatuan massa adsorben

vm = volume gas yang diperlukan untuk membentuk lapisan *monolayer*

P = tekanan

P_0 = tekanan uap jenuh gas diserap pada temperatur T

C = tetapan

BAB 5

SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Katalis Cu/zeolit beta memiliki aktivitas dan selektivitas yang lebih baik dibandingkan Ni/zeolit beta pada siklisasi sitronelal menjadi isopulegol. Siklisasi sitronelal terkatalis Cu/zeolit beta mampu menghasilkan 69,31% sedangkan dengan katalis Ni/zeolit beta sebesar 29,68%.
2. Konversi sitronelal menjadi isopulegol hasil yang paling tinggi adalah setelah dilakukan reaksi selama 8 jam.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian ini disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan pengkajian ulang tentang impregnasi Ni/zeolit beta untuk memaksimalkan hasil siklisasi sitronelal.
2. Perlu dilakukan perpanjangan waktu durasi, variasi suhu untuk konversi sitronelal menjadi isopulegol melalui reaksi siklisasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustian, E., Sulaswatty, A., Tasrif., Laksmono, J. L., dan Adilina, I. B. 2007. Pemisahan Sitronelal dari Minyak Sereh Wangi Menggunakan Unit Fraksionasi Skala Bench. *J. Tek. Ind. Pert.* 17(2): 49-53.
- Anshori, J. A. 2009. Siklisasi Intramolekuler Sitronelal Dikatalis Zeolit dan Bahan Mesoporus. *Karya Tulis Ilmiah*. Bandung: Universitas Padjajaran.
- Azizi, N., Batebi, E., Bagherpour, S., dan Ghafuri, H. 2012. *RSC Adv.* 2(6): 2289-2293.
- Bakri, R., Utari, T., dan Sari, I. P. 2008. Kaolin sebagai Sumber SiO₂ untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂ : Karakterisasi dan Uji Katalis pada Hidrogenasi Benzena menjadi Sikloheksana. *Makara Sains.* 12(1): 37-43.
- Brodu, N., Manero, M. H., Andriantsiferana, C., Pic, J. S., dan Valdes, H. 2013. Role of Lewis Acid Sites of ZSM-5 Zeolite on Gaseous Ozone Abatement. *Chemical Engineering Journal.* 231: 281-286.
- Brogan, A. P., Dickerson, T. J., dan Janda, K. D. 2007. Normicotine-Organocatalyzed Aqueous Reduction of α,β -Unsaturated Aldehydes. *Chem. Commun:* 4952-4954.
- Cahyani, C. S. P., Iftitah, E. D., dan Purwonugroho, D. 2014. Karakterisasi Katalis Cu/ZnBr₂/ γ -Al₂O₃ untuk Hidrogenasi Sitronelal. *Kimia Student Journal.* 1(2): 210-214.
- Cahyono, E., Pranowo, H. D., Muchalal., dan Triyono. 2013. Analysis Of The Enantiomers Ratio Of Citronellal From Indonesian Citronella Oil Using Enantioselective Gas Chromatography. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences.* 9(2): 62-66.
- Cahyono, E., Muchalal, M., Triyono, T., dan Pranowo, H. D. 2014. Catalytic Activities of Fe³⁺ and Zn²⁺-Natural Zeolite on the Direct Cyclisation-Acetylation of (R)-(+)-Citronellal. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis.* 9(2): 128-135.
- Chuah, G. K., S. H. Liu., S. Jaenicke., dan L. J. Harrison. 2001. Cyclisation of Citronellal to Isopulegol Catalysed by Hydrous Zirconia and Other Solid Acids. *Journal of Catalysis.* 200: 352-359.
- Dargo, R.S.J., Krzystof., Kezystof., dan K. Nicholas. 1997. *Catalyzed Decomposition of N₂O on Metal Oxide Support.* Applied Catalysis B: Environmental. 13: 69-79

- Fessenden R.J. & J.S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Jilid 2*. Edisi 3. Terjemahan A.H. Pudjaatmaka. Jakarta: Erlangga.
- Guenther, E. 1990. *Minyak Atsiri Jilid 4*. Terjemahan Ketaren S. Jakarta: UI Press.
- Guenther, Ernest. 2006. *The Essential Oil Jilid 1*. Robert E Kringer Publishing Co Inc. New York.
- Handoko, D. S. P. 2003. Aktivitas Katalis Cr/ Zeolit dalam Reaksi Konservasi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keton. *Jurnal Ilmu Dasar*. 4(2): 70-76.
- Handoko, D. S. P., Triyono., Narsito., dan Wahyuningsih, T. D. 2009. Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja Katalis Ni/Zeolit pada Reaksi Hidrogenasi Katalitik 1-Oktadekena. *Reaktor*. 12(4): 218-225.
- Harjono, S. 1992. *Spektroskopi Inframerah Edisi Pertama*. Yogyakarta: Liberty.
- Hendayana, S., Kadarohman, A., Sumarna, A., dan Supriatna, A. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Edisi 1. 157-160.
- Hernandez, D.V., Caballero, J. M. R., Gonzalez, J. S., Tost, R. M., Robles, J. M. M., Cruz, M. A. P., Lopez, A. J., Huesca, R. H., dan Torres, P. M. 2014. Furfuryl Alcohol from Furfural Hydrogenation Over Copper Supported on SBA-15 Silica Catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 383-384: 106-113.
- Iftitah, E. D., Hardjono, S., dan M. Muchalal. 2004. Study of Catalytic Cyclisation of (+)-Citronellal dengan Katalis Zn/ γ -Alumina. *Indonesian Journal of Chemistry*. 4(3): 192-193.
- Iftitah, E. D., M. Muchalal., W. Trisunaryanti., dan R. Armunanto. 2010. Cyclization and Hydrogenation of (+)-Citronellal to Menthols over ZnBr₂ and Ni Catalysts Supported on γ -Al₂O₃. *Indo. J. Chem*. 10(2): 208-213.
- Imachi, S., K. Owada., dan M. Onaka. 2007. Intramolecular Carbonyl-Ene Reaction of Citronellal to Isopulegol over ZnBr₂-Loading Mesoporous Silica Catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A : Chemical*. 272 (1-2): 174-181.
- Johan, A. 2009. Karakterisasi Sifat Fisik dan Mekanik Bahan Refraktori α -Al₂O₃ Pengaruh Penambahan TiO₂. *Jurnal Penelitian Sains*. 12(2): 1-8.

- Kang, Z., X. Zhang., H. Liu., J. Qiu., dan K. Lun. 2013. A Rapid Synthesis Route for Sn-Veta Zeolites by Steam-Assisted Conversion and Their Catalytic Performance in Baeyer-Villiger Oxidation. *Chemical Engineering Journal*. 218: 425-432.
- Kaniawati, D., Kadarohman, A., dan Dwiyanti, G. 2004. Konversi Sitronelal Hasil Isolasi Minyak Sereh Wangi menjadi Sitronelol dan Isopulegol. *Paper presented at the Seminar Nasional Penelitian dan Pendidikan Kimia*. Bandung: FMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia.
- Kidwai, M., Bansal, V., Saxena, A., Shankar, R., dan Mozumdar, S. 2006. Ni-nanoparticles: An Efficient Green Catalyst for Chemoselective Reduction of Aldehydes. *Tetrahedron Letters*. 47: 4161-4165.
- Kozhevnikov, I. 2010. Sustainable Heterogeneous Acid Catalysis by Heteropoly Acids. *Handbook of Green Chemistry*. 2: 153-173.
- Kurniasih, R., Djauhari, S., Muhibuddin, A., dan Utomo, E. P. 2014. Pengaruh Sitronelal Serai Wangi (*Cymbopogon winterianus* Linn) terhadap Penekanan Serangan *Colletotrichum* sp. pada Tanaman Bawang Daun (*Allium fistulosum* L.). *Jurnal HPT*. 2: 11-21.
- Kuroiwa, Y., Matsumura, S., dan Toshima, K. 2008. Chemoselective Reduction of Aldehydes over Ketones With Sodium Tris(hexafluoroisopropoxy)borohydride. *Synlett*. 16: 2523-2525.
- Lenardao, E. J., Botteselle, G. V., Azambuja, F., Perin, G., dan Jacob, R. G. 2007. Citronellal as key Compound in Organic Synthesis. *Tetrahedron*. 63: 6671-6712.
- Lestari, H.D., Subagjo., dan IGBN Makertihartha. 2006. Sintesis Katalis NiMo Untuk Hydrotreating Coker Nafta. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. 5(1): 365-373.
- Lestari, D.Y. 2012. Pemilihan Katalis yang Ideal. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Fakultas MIPA. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Lima, P. M., T. Garetto., C. L. Cavalcante., dan D. Cardoso. 2011. Isomerization of N-Hexane on Pt-Ni Catalysts Supported on Nanocrystalline H-BEA Zeolite. *Catalysis Today*. 172 (1): 195-202.
- Maki-Arvela, P., N. Kumar., V. Nieminen., R. Sjöholm., T. Salmi., dan D. Y. Murzin. 2004. Mesoporous Materials for Production of Isopulegol. *Journal of Catalysis*. 225 (1): 155-169.

- Milone, C., Gangemi, C., Neri, G., Pistone, A., dan Galvagno, S. 2000. Selective One Step Synthesis of (-) Menthol from (+) Citronellal on Ru supported on Modified SiO₂. *Applied Catalysis A: General*. 199(2): 239-244.
- Mustikowati., Siadi, K., dan Kusomo, E. 2014. Transformasi Sitronelal menjadi Sitronelol dengan Reduktor NaBH₄ dan Hidrogenasi Terkatalis Ni/Zeolit Beta. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 1(3): 81-86.
- Nakatsu, T., Mazeiko, P. J., Lupo, A. T., Green, C. B., Manley, C. H., Spence, D. J., dan Ohta, H. 2005. *Sensate Composition Imparting Initial Sensation Upon Contact*. USA : United States Patent.
- Nakatani, Y., dan Kawashima. 1978. *Highly Stereoselective Preparation of Isopulegol Synthesis*: 147-148.
- Nie, Y., W. Niah., S. Jaenicke., dan G. K. Chuah. 2007. A Tandem Cyclization and Hydrogenation of (±)-Citronellal to Menthol over Bifunctional Ni/Zr-Beta and Mixed Zr-Beta and ni/MCM-41. *Journal of Catalysis*. 28(1): 1-10.
- Nisyak, K., Elvina D. I., dan Rachmat T. T. 2017. Konversi Sitronelal menjadi Senyawa Isopulegol dengan Katalis ZnBr₂/β-Zeolit. *Jurnal Kimia dan Kemasan*. 39(2): 47-54.
- Paquette, L. 1995. *Reagents for Organic Synthesis*. New York: Wiley.
- Salamah, S., dan Setyawan, M. 2010. Karakterisasi Reaktor Hidrogenasi Minyak Biji Kapuk untuk Pembuatan Green Diesel. *Prosiding Seminar Nasional Aplikasi Sains dan Teknologi*. Yogyakarta : IST AKPRIND.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Savitri., Agung, S. N., dan Isalmi, A. 2016. Pembuatan Katalis Asam (Ni/γ-Al₂O₃) dan Katalis Basa (Mg/ γ-Al₂O₃) untuk Aplikasi Pembuatan Biodiesel dari Bahan Baku Minyak Jelantah. *Jurnal Kimia Valensi: Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*. 2(1): 1-10.
- Sayekti, E., Imelda, H., dan Titin, A. 2015. Reaksi Substitusi Gugus Hidroksi Pada Sitronelol dengan Klorida Menggunakan Campuran Amonium Klorida dan Asam Sulfat. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia*. 11(2): 135-146.
- Shu, Q., Yang, B., Yuan, H., Qing, S., dan Zhu, G. 2007. Synthesis of Biodiesel from Soybean Oil and Methanol Catalyzed by Zeolite Beta Modified with La³⁺. *Catalysis Communication*. 8: 2159-2165.

- SNI. 2006. *Standar Nasional Indonesia Minyak Sereh Wangi*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- Suseno, A., Wijayanto, W., Khanif, M., dan Hastuti, R. 2003. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Nikel pada Padatan Pendukung Zeolit. *Jurnal Kimia Sains*. 6: 7-10
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana., dan Dimyati, S. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*. 9(2): 44-50.
- Suyanto. 2011. *Metodologi dan Aplikasi Penelitian*. Yogyakarta: Nuha Medika.
- Tjitrosoepomo. 2000. *Taksonomi Tumbuhan (Spermatophyta)*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Teknoin*. 10(4): 269-282.
- Utomo, M. P. 2007. Tinjauan Umum Tentang Deaktivasi Katalis pada Reaksi Katalisis Heterogen. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA*. ISSN : 978-979-99314-2-3. Universitas Negeri Semarang.
- Valand, J., Dasireddy, V. D. B. C., Sing, S., dan Friederich, H. B. 2017. Ternary (Cu, Ni and Co) Nanocatalysts for Hydrogenation of Octanal to Octanol: An Insight into the Cooperative Effect. *Catalysis Research Group*. 147: 525-538.
- Widiarti, N., E. Ratna., F. Hamzah., dan D. Prasetyoko. 2011. Preparation Characterization and Catalytic Activity of CuO/TS-1 on Benzene Hydroxylation. *Makara*. 15: 135-147.
- Wulandari, R., dan Harianingsih. 2018. Transformasi Sitronelal dari Destilasi Fraksinasi Sereh Wangi Menjadi Sitronelol Menggunakan Katalis Zr^{4+} -Zeolit Beta. *Inovasi Teknik Kimia*. 3(2): 23-26.
- Zuhra., H. H., Hasfita, F., dan Rinaldi, W. 2015. Preparasi Katalis Abu Kulit Kerang untuk Transesterifikasi Minyak Nyamplung menjadi Biodiesel. *Agritech*. 35(1): 69-77.